



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift  
⑩ DE 195 18 540 A 1

⑤1 Int. Cl.<sup>8</sup>:  
B 01 D 1/00  
B 01 D 1/22  
B 01 J 3/04  
// B 01 D 5/00

②1 Aktenzeichen: 195 18 540.4  
②2 Anmeldetag: 19. 5. 95  
④3 Offenlegungstag: 21. 11. 96

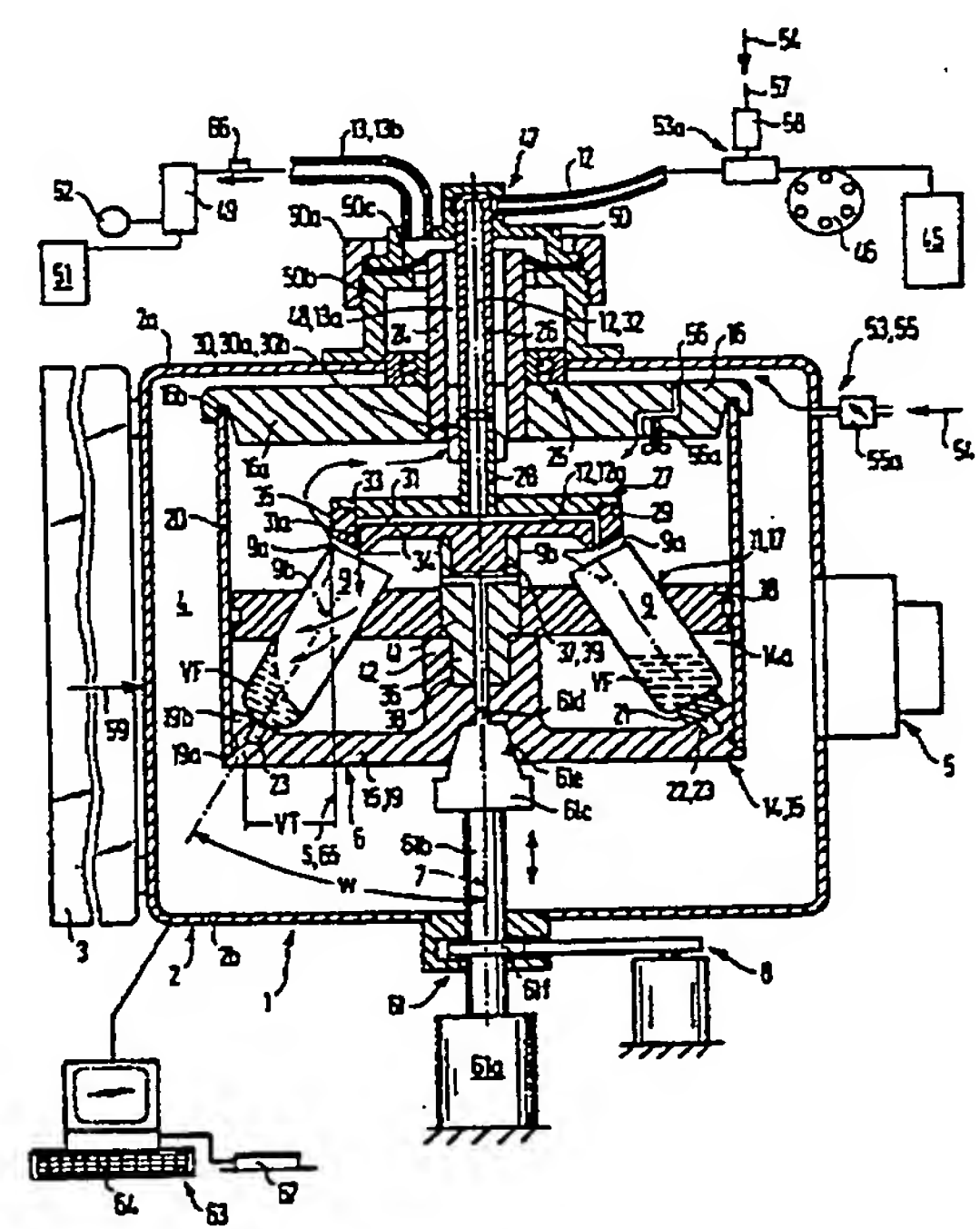
DE 195 18 540 A 1

⑦1 Anmelder:  
Lautschläger, Werner, 88299 Leutkirch, DE  
  
⑦4 Vertreter:  
Mitscherlich & Partner, Rechts- und Patentanwälte,  
80331 München

⑦2 Erfinder:  
gleich Anmelder

⑤4 Vorrichtung zum Verdampfen von festen oder flüssigen Stoffen in einem Behälter, vorzugsweise bei Unterdruck

⑤7 Bei einer Vorrichtung zum Verdampfen von festen oder flüssigen Stoffen in einem Behälter (9; 9.1, 9.2), vorzugsweise bei Unterdruck, mit einem Gehäuse (2), das einen Heizraum (4) umschließt und durch eine Verschlussstür (3) oder dgl. zu öffnen und zu schließen ist, eine vorzugsweise durch Mikrowellen wirksame Heizvorrichtung (5) zum Erwärmen des Heizraums (4), einem Halter (8) zum Halten des Behälters (9; 9.1, 9.2) im Heizraum (4), der um eine etwa vertikale Drehachse (7) durch einen Drehantrieb (8) drehbar gelagert ist, und einer mit dem Behälter (9) in Verbindung stehenden Abführungsleitung (13) zum Abführen von beim Erwärmen des Stoffes entstehenden Dämpfen, wobei der Drehantrieb (8) für eine so große Drehgeschwindigkeit eingerichtet ist, daß der Stoff radial nach außen gegen die Wand des Behälters (9) gedrückt wird, an der Wand hochsteigt und eine größere freie Oberfläche erhält, und wobei der Rand (65) der Behälteröffnung (9a) bezüglich der Wandung des Behälters (9) radial nach innen versetzt ist (VT), ist der Behälter (9) bezüglich der Drehachse (7) exzentrisch und so gekippt angeordnet, daß seine aufwärts gerichtete Mittelachse (9b) mit der Drehachse (7) einen nach unten offenen spitzen Winkel (w) einschließt.



BEST AVAILABLE COPY

DE 195 18 540 A 1

Die Erfindung bezieht sich auf eine Vorrichtung nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1 oder 5.

Die Verdampfung von festen oder flüssigen Stoffen in einem Behälter wird in der Praxis zu verschiedenen Zwecken angewandt. Es kann sich z. B. um eine Destillation eines flüssigen oder verflüssigten Stoffes, um eine Trocknung eines Feststoffes, um eine Gewinnung von Bestandteilen oder Rückständen in einem flüssigen oder festen Stoff oder um eine Extraktion aus einem Stoff handeln.

Eine Vorrichtung der eingangs angegebenen Art ist in der EP 91 920 673 A1 beschrieben. Bei dieser bekannten Ausgestaltung ist ein Behälter für den zu behandelnden Stoff durch einen Antrieb um eine vertikale Achse drehbar im Heizraum eines Gehäuses angeordnet. Diese bekannte Vorrichtung ist zum Destillieren von Flüssigkeiten im Vakuum eingerichtet. Die Destillation erfolgt bei einer Aufheizung der Flüssigkeit durch die Bestrahlung mit Mikrowellen. Im Funktionsbetrieb wird der Behälter durch den Drehantrieb mit einer solchen Drehgeschwindigkeit angetrieben, daß die Flüssigkeit auf dem Boden des Behälters radial nach außen bewegt und somit verteilt wird. Die dadurch erzielte größere Flüssigkeitsoberfläche führt zu einer Vergrößerung der Verdampfungsleistung.

Bei dieser Ausgestaltung wird bereits ein Behälter mit ausgebauchter Umfangswand verwendet. Der Öffnungsrand des Behälters ist somit bezüglich seiner Umfangswand radial nach innen versetzt.

In der WO 93/22650 ist eine Vorrichtung zur Verdampfungsbehandlung von vorzugsweise flüssigen Stoffen, insbesondere Reagenzstoffen, oder zum Aufbereiten oder Analysieren von Probenmaterial beschrieben, bei der mehrere Behälter an einem im Heizraum der zugehörigen Heizvorrichtung angeordneten Rotor gehalten und durch einen Antrieb mit dem Rotor um dessen vertikale Drehachse drehbar sind. Bei diesem Drehvorgang handelt es sich um einen an sich bekannten Vorgang, dessen Zweck darin besteht, die Behälter im Heizraum zu bewegen und dadurch eine gleichmäßige Erwärmung des Behandlungsstoffes zu erreichen. Die Drehgeschwindigkeit und die dabei entstehende am Behandlungsstoff wirksame Zentrifugalkraft ist vernachlässigbar klein, und sie übt deshalb keine wesentliche Kraft auf den Behandlungsstoff aus. Es werden hohlzylindrische Behälter verwendet, die durch eine Deckelanordnung verschlossen sind. Durch den Deckel hindurch erstrecken sich eine Zuführungs- und Abführungsleitung für eine zu behandelnde Flüssigkeit und zur Abführung von Dämpfen.

In der DE 43 19 498 A1 ist ein Rotationsverdampfer mit einem Rotor und einem daran koaxial gehaltenen hohlzylindrischen Behälter in einer Heizkammer beschrieben, wobei der Rotor und der Behälter um eine schräg verlaufende Achse durch einen Antrieb drehbar gelagert sind. Aufgrund dieser Anordnung sammelt sich die zu verdampfende Flüssigkeit im jeweils unteren Bodeneckenbereich des Behälters, wobei aufgrund der Drehung des Behälters dessen von der zu verdampfenden Flüssigkeit benetzte Benetzungsfläche sich auf dem gesamten Innenumfang erstreckt und deshalb die Verdampfung nicht nur an der Oberfläche des Flüssigkeitsspiegels sondern auch auf der gesamten Benetzungsfläche erfolgt. Die Drehgeschwindigkeit ist deshalb ebenfalls sehr gering bemessen. Es reicht bereits eine kleine Drehgeschwindigkeit aus, um eine sich über den gesam-

ten Umfang erstreckende innere Benetzungsfläche im Betrieb aufrecht zu erhalten.

Bei diesem Rotationsverdampfer ist zwar aufgrund der verhältnismäßig großen Benetzungsfläche eine größere Verdampfungsleistung zu erreichen, jedoch ist diese Leistung dadurch beschränkt, daß die Benetzungsfläche insbesondere bei der Beheizung durch Mikrowellen schnell verdampft, wodurch die insgesamt erzielbare Leistung gering ist. Außerdem ist bei dieser Ausgestaltung eine Mehrfachanordnung von Behältern schwierig und mit einem großen Konstruktions- und Antriebsaufwand verbunden.

Bei dem vorbeschriebenen Verfahren und den vorbeschriebenen Vorrichtungen ist sowohl dann, wenn sie für unterschiedliche Sonder-Verdampfungsmaßnahmen oder auch in einem kontinuierlichen Prozeß eingesetzt werden, eine hohe Leistung gefordert, um in möglichst kurzer Zeit das Ergebnis der betreffenden Stoffbehandlung, z. B. eines Probenversuchs oder einer Destillation zu erhalten.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung der eingangs angegebenen Art zu vereinfachen.

Diese Aufgabe wird durch die Merkmale des Anspruchs 1 oder 5 gelöst.

Bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist der Behälter bezüglich der Drehachse des Rotors exzentrisch angeordnet. Hierdurch wird erreicht, daß mit einem geringeren Antriebsaufwand und einer geringeren Drehgeschwindigkeit der zu behandelnde Stoff radial nach außen gegen die Wandung des Behälters gedrückt wird. Da dies mit einer geringeren Drehzahl erreicht werden kann, führt die erfindungsgemäße Ausgestaltung auch zu einer geringeren Belastung und Leistung der Maschinenteile, wodurch die Lebensdauer erhöht wird. Außerdem wird durch die gekippte Anordnung des Behälters erreicht, daß der Behälter auch bei Verwendung eines hohlzylindrischen oder hohlkegelförmigen Behälters eine seitliche Ausbauchung erhält, in der im Betrieb der durch die Zentrifugalkraft nach außen gedrückte Stoff wenigstens teilweise aufgenommen wird. Dabei ist es vorteilhaft, dieses Ausbauchungsvolumen so groß zu bestimmen, daß es größer ist als ein bestimmtes Füllvolumen des zu behandelnden Stoffes. In einem solchen Fall ist ein Überlaufen des Stoffes über den Öffnungsrand ausgeschlossen. Die erfindungsgemäße Ausgestaltung ist jedoch auch dann schon von Vorteil, wenn das Ausbauchungsvolumen kleiner ist als das Füllvolumen. In einem solchen Fall ist die Drehgeschwindigkeit des Rotors so zu begrenzen, daß der nach außen gedrückte Stoff nicht über den Öffnungsrand des Behälters ausläuft. Bereits bei einer solchen Anordnung wird die Oberfläche des zu behandelnden Stoffes wesentlich vergrößert und die Verdampfungsleistung wesentlich gesteigert.

Die Möglichkeit der Verwendung eines hohlzylindrischen oder hohlkegelförmigen Behälters führt zu dem Vorteil, daß ein einfacher, insbesondere üblicher oder genormter Behälter verwendet werden kann, der preiswert und leicht zugänglich ist, insbesondere leichter gereinigt werden kann.

Bei der Ausgestaltung nach Anspruch 5 ist eine für mehrere oder vorzugsweise alle Behälter gemeinsames Innengehäuse vorgesehen, in dem der oder die Behälter als vorzugsweise offene Behälter angeordnet sind. Bei dieser Ausgestaltung kommt eine Verzweigung der Abführungsleitung in Fortfall. Außerdem bedarf es nur eines für alle Behälter gemeinsamen Deckels, der durch

den Deckel des Innengehäuses gebildet ist.

In den Unteransprüchen sind Merkmale enthalten, die zur Leistungssteigerung beitragen, sowohl die Verdampfung als auch die Dampfableitung verbessern, zu einfachen, kleinen und kostengünstig herstellbaren Bauweisen führen und außerdem die Funktion und auch die Handhabung beim Beschicken der Vorrichtung, insbesondere beim Entnehmen von Stoffresten aus dem Behälter oder beim Entnehmen des Behälters selbst, verbessern.

Die erfindungsgemäßen eigenen sich sowohl für einen diskontinuierlichen Funktionsbetrieb, bei dem der zu behandelnde Stoff von Hand in den Behälter eingefüllt wird, oder auch für einen kontinuierlichen Betrieb, bei dem der zu behandelnde Stoff durch eine Zuführungsleitung vorzugsweise automatisch in den Behälter eingeführt werden kann, ohne daß ein besonderer Zugang zum Behälter verschafft werden muß.

Nachfolgend werden die Erfindung und weitere durch sie erzielbare Vorteile anhand von bevorzugten Ausführungsbeispielen und vereinfachten Zeichnungen näher erläutert.

Es zeigt

Fig. 1 eine erfindungsgemäße Vorrichtung zum Verdampfen von festen oder flüssigen Stoffen in ihrer Funktionsstellung im Vertikalschnitt;

Fig. 2 eine Vorrichtung zum Verdampfen von festen oder flüssigen Stoffen in abgewandelter Ausgestaltung und in ihrer Beschickungsstellung im Vertikalschnitt.

Die Hauptteile der Vorrichtung 1 sind ein quaderförmiges Gehäuse 2 aus Stahlblech mit einer vorderseitigen Verschlusstür 3, in dem ein Heizraum 4 angeordnet ist, in dem von einem Mikrowellengenerator (Magnetron) 5 erzeugte Mikrowellen in den Heizraum 4 einkoppelbar sind, ein allgemein mit 6 bezeichneter Rotor, der sich im Heizraum 4 befindet und um eine vertikale Drehachse 7 durch einen Drehantrieb 8 drehbar gelagert ist, wenigstens ein, vorzugsweise mehrere Behälter 9, die zur Aufnahme von zu behandelnden, hier zu verdampfenden Stoffen dienen und im Rotor 6 an Stellplätzen 11 einstellbar sind, eine Zuführungsleitung 12 für eine zu verdampfende Flüssigkeit oder ein flüssiges Reagenz- bzw. Lösungsmittel, die von außen das Gehäuse 2 durchsetzt, sich zum Rotor 6 erstreckt und in dessen Bereich in eine der Anzahl der Stellplätze 11 entsprechende Anzahl von Zuführungszweigen 12a verzweigt, die jeweils in einen Behälter 9 münden, und eine Abführungsleitung 13 für Dämpfe, die sich vom Heizraum 4 das Gehäuse 2 durchsetzend nach außen erstreckt und dazu dient, das Gehäuse 2 zu evakuieren, so daß sich darin ein Unterdruck einstellt. Das Gehäuse 2 ist deshalb im geschlossenen Zustand dicht ausgebildet.

Der Rotor 6 weist ein Rotorgehäuse 14 mit einem hohlzylindrischen topfförmigen Gehäuseunterteil 15 und einem Gehäusedeckel 16 auf, wobei die Stellplätze 11 auf einem Teilkreis verteilt angeordnet im Rotorgehäuse 14 angeordnet sind. Bei der vorliegenden Ausgestaltung sind oben offene Einsteck-Ausnehmungen 17 für die Behälter 9 im Rotor 6 vorgesehen, in die die Behälter 9 kipp sicher von oben einstellbar sind. Bei der vorliegenden Ausgestaltung dient hierzu eine Aufnahmeplatte 18, die auf dem Boden 19 oder in einem Abstand darüber im Rotorgehäuse 14 angeordnet ist und auf dem Teilkreis verteilt die Einsteck-Ausnehmungen 17 aufweist, in die die Behälter 9 mit Bewegungsspiel einstellbar sind. Bei den Einsteck-Ausnehmungen 17 kann es sich um Durchgangslöcher in der Aufnahmeplatte 18 handeln, wobei die Behälter 9 auf dem Boden

19 abgestützt sein können (Fig. 1 links), ggf. auf kleinen Stützsockeln 21 (Fig. 1 rechts, die mittels Steckzapfen 22 jeweils in ein Steckloch 23 im Boden 19 einsteckbar und somit positionierbar sind).

Bei der vorliegenden Ausgestaltung werden hohlzylindrische Behälter 9 verwendet, deren oberseitige Behälteröffnung 9a vorzugsweise unverschlossen sind, wobei die Böden der Behälter 9 flach oder gerundet sein können, wie es aus den Fig. 1 und 2 zu entnehmen ist. Dabei ist die Anordnung so getroffen, daß die Mittelachsen 9b der Einsteck-Ausnehmungen 17 und der Behälter 9 nach oben konvergent verlaufen und mit der vertikalen Drehachse 7 jeweils einen nach unten offenen spitzen Winkel  $w$  von etwa 45 bis 80°, insbesondere etwa 60°, einschließen.

Der Gehäusedeckel 16 ist fest an einem Drehrohr 24 befestigt, das die Deckenwand 2a des Gehäuses 2 in einem Loch durchsetzt und in einem Drehlager 25 drehbar gelagert ist. Koaxial im Drehrohr 24 erstreckt sich ein Innen- oder Zuführungsrohr 26, das einen radialen Abstand von der Innenwandung des Drehrohrs 24 aufweist und mit dem Drehrohr 24 eine drehbare Einheit bildet. Am unteren Ende ist das Zuführungsrohr 26 vorzugsweise hohlkegelförmig oder kegelförmig angespitzt. Unterhalb des Gehäusedeckels 16 ist über den Behältern 9 ein Zuführungsverteiler 27 angeordnet, bestehend aus einem sich an das Innenrohr 26 ankuppelbaren Kupplungsrohr 28, an dessen unteren Ende ein Verteilerstück 29 mit mehreren, in der Anzahl der Behälter 9 vorhandenen radialen Kanälen 31 befestigt ist, wobei die Kanäle 31 vom freien Hohlraum 32 des Kupplungsrohrs 28 ausgehen und schräg oder gerade nach unten aus dem Verteilerstück 29 so münden, wobei sie sich jeweils über einem Behälter 9 befinden. Das Verteilerstück 29 kann in Form einer horizontalen Scheibe oder mit in der Anzahl der Kanäle 31 vorhandenen sternförmig angeordneten Armen ausgebildet sein.

Bei der vorliegenden Ausgestaltung besteht das Verteilerstück 29 aus einem Oberteil 33, einem Unterteil 34 und einem Außenring 35, die fest miteinander verbunden sind, wobei zwischen ihnen die Kanäle 31 und die von letzteren sich nach unten in Richtung auf die jeweilige Behälteröffnung 9a weisende Kanalabschnitte 31a angeordnet sind, die an einer unterseitig am Verteilerstück 29 angeordneten Ringwulstkamm ausmünden.

Zur Fixierung der Aufnahmeplatte 18 und des Verteilerstücks 29 sind Kupplungszapfen 36, 37 unrunder Querschnitts, vorzugsweise quadratischen oder rechteckigen Querschnitts vorgesehen, die jeweils in eine Kupplungsausnehmung 38, 39 entsprechender Querschnittsform und -größe mit geringem Bewegungsspiel einsteckbar sind. Bei der vorliegenden Ausgestaltung ist an einem Kupplungsstück 41 unterseitig der Kupplungszapfen 36 vorgesehen, der in die Kupplungsausnehmung 38 einfaßt, die in einem oberseitigen Ansatz 42 des Bodens 19 angeordnet ist. Die Aufnahmeplatte 18 ist entweder drehfest mit dem Kupplungsstück 41 verbunden oder es ist zwischen diesen beiden Teilen ebenfalls eine formschlüssige Steckkupplung im vorbeschriebenen Sinne ausgebildet, die eine drehfeste Anordnung der Aufnahmeplatte 18 gewährleistet. Am oberen Ende des Kupplungsstücks 41 ist die Kupplungsausnehmung 39 angeordnet, in die der unterseitig am Verteilerstück 29 bzw. an dessen Unterteil 34 angeordneter Kupplungszapfen 37 mit geringem Bewegungsspiel einfaßt.

Die Zuführungsleitung 12 erstreckt sich von einem Vorratsbehälter 45 ein Zuführungsleitungsabschnitt 12a zu einer Pumpe 46, hier einer sogenannten Schlauch-

pumpe mit umlaufenden Quetschrollen für einen darin enthaltenen Schlauch, und es erstreckt sich von der Pumpe 46 ein weiterführender Zuführungsleitungsabschnitt zu einer vereinfacht dargestellten und allgemein mit 47 bezeichneten Verbindung oder Drehverbindung, mittels der die Zuführungsleitung 12 an den Hohlraum 32 des Innenrohrs 26 und Kupplungsrohrs 28 angeschlossen ist. Im weiteren wird die Zuführungsleitung 12 durch die Kanäle 31 und 31a gebildet.

Der freie Ringraum 48 zwischen dem Drehrohr 24 und dem Innenrohr 26, der zum Innenraum 14a des Rotorgehäuses 14 hin offen ist, bildet einen ersten Abführungsleitungsabschnitt 13a, der mit einem zweiten, durch eine Rohr- oder Schlauchleitung gebildeten Abführungsleitungsabschnitt 13b mit einem Kondensator 49 und einem Sammelbehälter 51 für Kondensat verbunden ist, wobei der Kondensator 49 mit einer Saugpumpe 52 verbunden ist.

Zur Verbesserung der noch zu beschreibenden Abführung durch die Abführungsleitung 13 ist der Vorrichtung 1 eine Gas-Spüleinrichtung 53 zugeordnet, mit der ein Spül- oder Transportgas in den wenigstens einen Behälter 9, hier in das Rotorgehäuse 14, einführbar ist und eine vollständige und zuverlässige Abführung ermöglicht. Es ist möglich, das Transportgas 54 aus der Umgebung der Vorrichtung 1 zu entnehmen, wobei es sich um Raumluft oder ein besonderes Gas, z. B. Inertgas, handeln kann. Hierzu wird eine in ihrer Größe vorzugsweise steuerbare Durchgangsöffnung 55 im Gehäuse 2 vorgesehen, durch die die Raumluft oder das Gas in das Gehäuse 2 strömen kann. Eine zweite Durchgangsöffnung 56 vorzugsweise ebenfalls steuerbarer Querschnittsgröße kann im Rotorgehäusedeckel 16 vorgesehen sein. Durch diese Durchgangsöffnungen 55, 56 können im Betrieb durch die Saugpumpe 52 das Rotorgehäuse 14 und die Behälter 9 mit dem Transportgas 54 gespült werden. Vorzugsweise ist der Durchgangsöffnung 55 ein Ventil 55a vorzugsweise verstellbarer Durchflußmenge und der Durchgangsöffnung 56 eine Einstellschraube 56a zugeordnet.

Eine andere Möglichkeit zur Zuführung von Transportgas 54 besteht darin, es durch die Zuführungsleitung 12 einzuführen, wobei die Durchgangsöffnungen 55, 56 entfallen können. Beim vorliegenden Ausführungsbeispiel ist auch eine solche Gas-Spüleinrichtung 53a alternativ oder zusätzlich vorhanden. Sie umfaßt eine Zuführungsleitung 57, die vorzugsweise in Strömungsrichtung nach der Pumpe 46 in die Zuführungsleitung 12 mündet. In der Zuführungsleitung 57 ist ein verstellbares Durchfluß-Regelventil 58 angeordnet. Das Transportgas 54 kann aus der Umgebung entnommen werden oder von einem Vorratsbehälter für ein besonderes Gas, z. B. Inertgas, z. B. Stickstoff, wodurch Explosionsschutz in der Vorrichtung 1 gewährleistet ist. Bei dieser Ausgestaltung wird das Transportgas 54 mit der Verdampfungsflüssigkeit bzw. unter der Wirkung des im Gefäß vorhandenen Unterdrucks durch die Zuführungsleitung 12 in das Rotorgehäuse 14 bzw. in die Gefäße 9 eingeführt.

Beide vorbeschriebenen Gas-Spüleinrichtungen 53, 53a ermöglichen auch eine Kühlung der Behälter 9 und des Rotors 6, sofern ein kaltes Transportgas 54 zugeführt wird. Dabei ermöglicht die Gasspüleinrichtung 53 eine Außen- und Innenkühlung der Behälter 9 und des Rotors, während die Gasspüleinrichtung 53a nur eine Innenkühlung des Rotors 6 herbeiführt.

Die Zuführungsleitung 12 und die Abführungsleitung 13 sind an einem das Drehrohr 24 überbrückenden Dek-

kelteil 50 angeschlossen, an dem das Zuführungsrohr 26 fest oder drehbar gelagert sein kann. Das Deckelteil 50 ist durch eine Verschraubung, z. B. eine Überwurfmutter 50a, an einem das Drehrohr 24 umgebenden auf der Deckenwand 2a befestigten Aufsatzteil 50b lösbar gehalten. Das Deckelteil 50 und das Drehrohr 24 sind durch eine Ringdichtung 50c abgedichtet.

Dem Rotorgehäuse 14 kann außerdem wenigstens ein Temperatursensor 59 zugeordnet sein, mit dem ein der Innentemperatur entsprechendes Signal erzeugt werden kann, das zur Abschaltung oder so zur Steuerung der Heizleistung des vorhandenen Mikrowellen-Heizgerätes derart dienen kann, daß eine bestimmte Temperatur oder ein Temperaturbereich im Rotorgehäuse 14 eingestellt oder geregelt werden kann, nämlich dadurch, daß bei einer Temperatur (Istwert) unterhalb eines bestimmten Sollwertes die Heizleistung erhöht wird und beim Erreichen des Sollwertes so vermindert wird, daß die Solltemperatur im wesentlichen eingehalten wird. Bei dem Temperatursensor 59 kann es sich um einen Infrarot-Sensor handeln.

Zum Befüllen oder Einsetzen der Gefäße bzw. Behälter 9 ist es vorteilhaft, die Anordnung so zu treffen, daß das Gehäuseunterteil 15 aus dem Gehäuse zwar entnommen oder zumindest soweit vorgezogen werden kann, daß es von oben handhabungsfreundlich zugänglich ist. Um dies zu ermöglichen, ist eine Hubvorrichtung 61, z. B. eine pneumatischer oder hydraulischer Zylinderkolbenantrieb 61a, vorgesehen, mit dem das Rotorgehäuseunterteil 15 angehoben und wieder abgesenkt werden hierzu und zur Positionierung des Gehäuseunterteils 15 kann auf der in einer Führung im Gehäuseboden 2b geführten und abgedichteten Hubstange 61b ein vorzugsweise konischer Trag- und Positionierkopf 61c vorgesehen sein, der mit einem Drehmitnehmer 61d drehfest in eine entsprechende Ausnehmung 61e im Boden 11 einfaßt. In der unteren Stellung kann das Rotorgehäuseunterteil 15 entnommen werden. Eine auf der Hubstange 61b angeordnete Antriebsscheibe 61f ist darauf verschiebbar jedoch drehfest gelagert.

Im geschlossenen Zustand des Rotors 6 oder Rotorgehäuses 14 liegen die einander zugewandten Stirnflächen des Zuführungsrohrs 26 und des Kupplungsrohrs 28 aneinander an, wodurch eine dichte Verbindung geschaffen ist, die vorzugsweise auch eine aufgrund der Reibung oder von an den Enden formschlüssig ineinandergreifenden Kupplungselementen 30a, 30b wirksame Drehverbindung ist, so daß das Zuführungsrohr 26 mitdreht.

Das Gehäuseunterteil 15 kann einstückig ausgebildet sein. Bei der vorliegenden Ausgestaltung ist es mit dem Boden 19 und einer hohlzylindrischen Umfangswand 20 aus vorzugsweise durchsichtigen Material zweistückig ausgebildet. Die Umfangswand 20 kann auf einer seitlichen Schulterfläche 19a des Bodens 19 aufliegen und dabei einen Zentrieransatz 19b des Bodens 19 übergreifen. Dazwischen kann eine Ringdichtung vorgesehen sein. Ein in die Umfangswand 20 einfassender, vorzugsweise konvergent konischer Zentrieransatz 16a kann auch unterseitig am Gehäusedeckel 16 angeordnet sein, wobei zur Auflage des Gehäusedeckels 16 auf dem Rand der Umfangswand 20 eine Schulterfläche oder Ringnut 16b am Gehäusedeckel 16 angeordnet ist, vorzugsweise mit einer dazwischen angeordneten Ringdichtung.

Die Umfangswand 20 und vorzugsweise auch die Verschlusstür 3 bestehen aus einem durchsichtigen Material, wodurch es möglich ist, vor der Öffnung in das Rotorge-

häuse 14 einzublicken, vorzugsweise von außen der Vorrichtung 1.

Der Vorrichtung 1 ist im weiteren eine zentrale elektronische Steuereinrichtung 63 zugeordnet, die vorzugsweise einen Prozessor und einen Bildschirm aufweist, mit der die zugehörigen Funktionsaggregate nicht nur ein- und ausgeschaltet, sondern auch nach besonderen Funktionskriterien eingestellt werden können, z. B. mittels einer Tastatur 64. Hierzu sind die vorbeschriebenen Funktionsteile durch Signal- oder Steuerleitungen mit der Steuereinrichtung 63 verbunden. Vorzugsweise sind die Förderleistungen der Pumpen 46, 52, die Durchsatzmengen der Ventile, die Drehleistung des Drehantriebs 8, die Leistung des Mikrowellengenerators und die Funktionszeit einstellbar. Es ist auch vorteilhaft, die Steuereinrichtung 63 so einzurichten, daß der Betrieb nach vorbestimmten oder wählbaren Programmen abläuft.

Der Rotor 6 besteht aus mikrowellendurchlässigem Material, insbesondere Kunststoff. Für die der größten thermischen korrosiven Belastung unterliegenden Teile, wie z. B. das Verteilerstück 29, die Behälter 9 und die Aufnahmeplatte 18 können in vorteilhafter Weise aus PTFE bzw. PFA hergestellt sein. Dieser Kunststoff ist auch für die Stecksockel 21 vorteilhaft zu verwenden.

Im folgenden wird die Funktion der Vorrichtung 1 anhand des Ausführungsbeispiels gemäß Fig. 1 beschrieben. Die Behälter 9 können von Hand mit dem zu verdampfenden festen oder flüssigen Stoff gefüllt werden. Bei dem festen Stoff handelt es sich um einen pulverförmigen oder feinstückigen Stoff, der sich unter der Wirkung einer Zentrifugalkraft ähnlich verhält wie ein flüssiger Stoff. Bei der Befüllung der Behälter 9 ist darauf zu achten, daß das Füllvolumen VF kleiner ist als ein Teilvolumen VT des jeweiligen Behälters 9, das radial außenseitig von einer senkrechten S liegt, die die radial äußere Randstelle 65 der Behälteröffnung schneidet. Nach der Befüllung der Behälter 9 von Hand wird das Rotorgehäuseunterteil 15 in das Gehäuse 2 geschoben bzw. gestellt und die Verschlusstür 3 geschlossen. Danach wird die Verdampfungsbehandlung eingeleitet, wobei die folgenden Arbeitsschritte manuell oder nach einem Programm selbsttätig gesteuert werden können. Zunächst wird das Rotorgehäuse 14 geschlossen, was durch ein Anheben des Rotorgehäuseunterteils 15 erfolgt. Nunmehr wird der Rotor 6 in Drehung versetzt und außerdem wird die Mikrowellen-Heizung 5 eingeschaltet. Die Drehgeschwindigkeit des Rotors 6 ist so groß, daß der Stoff aus seiner in Fig. 1 rechts dargestellten Normalstellung unter der Wirkung der Zentrifugalkraft nach radial außen gedrückt wird und die in Fig. 1 links dargestellte Stellung einnimmt, in der er gegen die Außenwandung des Behälters 9 gedrückt ist, an ihr hochsteigt und die Oberfläche sich aufwärts erstreckt. Vorzugsweise gleichzeitig mit dem vorgenannten Arbeitsschritt wird auch die Saugpumpe 52 eingeschaltet, die einen Unterdruck im Rotorgehäuse 14 erzeugt und gleichzeitig den Transportgasstrom 54 erzeugt, dessen Größe bzw. Strömungsmenge einstellbar ist. Die beim Aufheizen des Stoffes durch die Mikrowellenbestrahlung entstehenden Dämpfe werden durch die Abführungsleitung 13 abgeführt und zum Kondensator 49 geführt, wo sie kondensiert und rückgewonnen werden können. Aufgrund der nach oben konvergent schrägen Anordnung der Behälter 9 bezüglich der Drehachse 7 ist gewährleistet, daß bei der jeweiligen Verarbeitung eines beschädigenden Füllvolumens VF ein Auslaufen aus dem zugehörigen Behälter 9 aufgrund der Zentrifugal-

kraft verhindert ist.

Es ist im Rahmen der Erfindung möglich, den zu verdampfenden Stoff diskontinuierlich oder in Anpassung an die Verdampfungsmenge kontinuierlich zuzuführen. Es ist in einfacher Weise auch möglich, den Verdampfungsstopp durch eine Druckmessung im Rotorgehäuse 14 oder in der Abführungsleitung 13 zu bestimmen. Dies ist deshalb möglich, weil dann, wenn der Stoff weitgehend verdampft ist, die Verdampfung nachläßt und deshalb ein Druckabfall im Rotorgehäuse 14 und in der Abführungsleitung 13 stattfindet, der durch einen Drucksensor 66 ermittelt und als Signal der Steuereinrichtung 63 dienen kann. Bei der Ausgestaltung gemäß den Fig. 1 ist ein solcher Drucksensor 66 im Bereich des Abführungsleitungsabschnitts 13b angeordnet. Ein solches Signal kann auch dazu ausgenutzt werden, die Zuführungspumpe 46 einzuschalten, um eine bestimmte Menge der Verdampfungsflüssigkeit in die Behälter 9 zu führen, insbesondere eine dem Füllvolumen VF entsprechende Menge. Andererseits kann das vorgenannte Signal dazu benutzt werden, das Verdampfungsende anzuzeigen und den Drehantrieb 8 und die Heizung 5 abzuschalten.

Die Vorrichtung 1 kann unter anderem auch dazu benutzt werden, Bestandteile des Stoffes zu ermitteln. Hierzu können feste oder flüssige Proben in die Behälter 9 eingebracht und in vorbeschriebener Weise erhitzt und verdampft werden. Die in den Probenbehälter 9 verbleibenden Rückstände können bezüglich ihres Gewichtes durch Wiegen auf einer Waage 67 ggf. nach vorheriger Wiegung des leeren Probenbehälters 9 oder gleich mit dem Ergebnis der zweiten Wiegung ermittelt werden.

Für die zuletzt beschriebene Maßnahme ist insbesondere das Ausführungsbeispiel nach Fig. 2 geeignet, bei dem gleiche oder vergleichbare Teile mit gleichen Bezugszahlen versehen sind und das das Rotorgehäuse 14 im geöffneten Zustand zeigt. Es sind aus einem hohlzylindrischen Oberteil 9.1 und einem hohlzylindrischen Unterteil 9.2 bestehende Behälter 9 in sonst vergleichbarer Anordnung vorgesehen, wobei in den Behälteroberteilen 9.1 ein flüssigkeitsdurchlässiger Träger, z. B. ein Sieb, eine herausnehmbare Filzeinlage oder ein Körbchen für eine Probe P aus festem Material angeordnet ist. Das untere Ende des Behälteroberteils 9.1 ist trichterförmig mit einer vorzugsweise zentralen Ablauföffnung 71 ausgebildet. Diese Ausgestaltung eignet sich vorzüglich zum Extrahieren von festen Proben P. Die Verdampfungsbehandlung erfolgt wie beim vorbeschriebenen Ausführungsbeispiel, wobei durch die Zuführungsleitung 12 ein Reagenz- bzw. Lösungsmittel zugeführt wird, das auf die Probe P strömt, diese durchsetzt, lösliche Stoffe auslöst und diesen in das zugehörige Behälterunterteil 9.2 abtropft, das wie die Behälter 9 des ersten Ausführungsbeispiels oder mittels Steckausnehmungen 72 auf zugehörigen Stützsockeln 21 aufsteckbar sein können. Bei dieser Ausgestaltung der Vorrichtung 1 werden aufgrund der Zentrifugalkraft der Durchgang des Verdampfungs- bzw. Lösungsmittels durch das Probenmaterial und somit die Extraktion forciert.

Damit die Behälteroberteile 9.1 nicht durch die Ausnehmungen 17 durchfallen, sind Begrenzungsanschlätze vorzusehen, die durch obere seitliche Ränder 73 an den Behälteroberteilen 9.1 gebildet sein können. Zwecks kleiner bzw. niedriger Bauweise ist es vorteilhaft, unterseitig in die Aufnahmeplatte 18 radial außen von den Ausnehmungen 17 durch eine Ausnehmung 74 in der

Dicke zu verjüngen, wodurch Freiraum für den oberen Randbereich des darunter befindlichen Behälterunterteils 9.2 geschaffen ist.

Auch aus der Fig. 2 wird deutlich, daß das jeweils in das Behälteroberteil und -unterteil 9.1, 9.2 befindliche Füllvolumen VF aus seiner Normalstellung mit horizontaler Oberfläche (rechts) unter der Wirkung der Zentrifugalkraft gegen die radial äußere Wandung des zugehörigen Behälterteils 9.1, 9.2 gedrückt wird, hochsteigt und eine sich aufwärts erstreckende Oberfläche erhält, die größer ist, so daß auch hier die Verdampfungsleistung gesteigert wird. Nach dem Verdampfungsprozeß können Restbestandteile in den Behälteroberteilen und/oder -unterteilen 9.1, 9.2 ebenfalls durch Wiegen vermittelt werden.

Wenn die zu verdampfenden Stoffe aus mikrowellendurchlässigem Material bestehen, ist es zwecks indirekter Aufheizung des Stoffes möglich und vorteilhaft, die Teile des Rotors 6, die mit dem Stoff in Berührung stehen, aus wenigstens teilweise mikrowellenabsorbierendem Material herzustellen. Bei der Mikrowellenbestrahlung werden diese Teile erwärmt, wobei die Wärme dem Stoff übertragen wird und somit eine indirekte Heizung des Stoffes erfolgt. Aus einem solchen mikrowellenabsorbierendem Material können vorzugsweise die Behälter 9 bzw. Behälteroberteile und -unterteile 9.1, 9.2, die Aufnahmeplatte 18, die Stützsockel 21 und/oder das Verteilerstück 29 hergestellt sein. Als mikrowellenabsorbierendes oder teilabsorbierendes Material eignet sich z. B. Kunststoff, in dem Partikel aus mikrowellenabsorbierendem Material, z. B. Kohlenstoff, eingebettet sind. Ein solcher Kunststoff ist unter der Bezeichnung WEFILON bekannt und auf dem Markt erhältlich.

Im Rahmen der Erfindung ist es auch möglich, den Antrieb 8 nicht unter dem Gehäuse 2 sondern darüber anzuordnen. Eine solche Ausgestaltung des Antriebs ist in Fig. 2 als Variante dargestellt und mit 8a bezeichnet. Bei dieser Ausgestaltung ist das Drehrohr 25 durch ein Schneckengetriebe mit einem Schneckenrad und einer Schnecke drehbar, das zwischen dem Drehrohr und dem Aufsatzteil 50b angeordnet und durch einen andeutungsweise dargestellten Motor antreibbar ist.

#### Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Verdampfen von festen oder flüssigen Stoffen in einem Behälter (9; 9.1, 9.2), vorzugsweise bei Unterdruck, mit

- einem Gehäuse (2), das einen Heizraum (4) umschließt und durch eine Verschlusstür (3) oder dgl. zu öffnen und zu schließen ist,
- eine vorzugsweise durch Mikrowellen wirksame Heizvorrichtung (5) zum Erwärmen des Heizraums (4),
- einem Halter (6) zum Halten des Behälters (9; 9.1, 9.2) im Heizraum (4), der um eine etwa vertikale Drehachse (7) durch einen Drehantrieb (8; 8a) drehbar gelagert ist,
- und einer mit dem Behälter (9; 9.1, 9.2) in Verbindung stehenden Abführungsleitung (13) zum Abführen von beim Erwärmen des Stoffes entstehenden Dämpfen,
- wobei der Drehantrieb (8) für eine so große Drehgeschwindigkeit eingerichtet ist, daß der Stoff radial nach außen gegen die Wand des Behälters (9; 9.1, 9.2) gedrückt wird, an der Wand hochsteigt und eine größere freie Oberfläche erhält,

— und wobei der Rand (65) der Behälteröffnung (9a) bezüglich der Wandung des Behälters (9; 9.1, 9.2) radial nach innen versetzt ist, dadurch gekennzeichnet, daß der Behälter (9; 9.1, 9.2) bezüglich der Drehachse (7) exzentrisch und so gekippt angeordnet ist, daß seine aufwärts gerichtete Mittelachse (9b) mit der Drehachse (7) einen nach unten offenen spitzen Winkel (w) einschließt.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Behälter (9; 9.1, 9.2) eine hohlkegelförmige, insbesondere nach oben divergente, oder vorzugsweise hohlzylindrische Form aufweist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Behälter (9; 9.1, 9.2) offen ist.

4. Vorrichtung nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Halter (6) in einer Innenkammer (14a) eines im Heizraum (4) des Gehäuses (2) angeordneten Innengehäuses (14) angeordnet ist.

5. Vorrichtung zum Verdampfen von festen oder flüssigen Stoffen in einem oder mehreren Behältern (9; 9.1, 9.2), vorzugsweise bei Unterdruck, mit

- einem Gehäuse (2), das einen Heizraum (4) umschließt und durch eine Verschlusstür (3) oder dgl. zu öffnen und zu schließen ist,
- eine vorzugsweise durch Mikrowellen wirksame Heizvorrichtung (5) zum Erwärmen des Heizraums (4),
- einem Halter (6) zum Halten mehrerer Behälter (9; 9.1, 9.2) im Heizraum (4), der um eine etwa vertikale Drehachse (7) durch einen Drehantrieb (8) drehbar gelagert ist,
- und einer mit den Behältern (9; 9.1, 9.2) in Verbindung stehenden Abführungsleitung (13) zum Abführen von beim Erwärmen des Stoffes entstehenden Dämpfen,
- oder Vorrichtung (1) nach einem der vorherigen Ansprüche; dadurch gekennzeichnet, daß der Halter (6) in einer Innenkammer (14a) eines Innengehäuses (14) angeordnet ist, das im Heizraum (4) des Gehäuses (2) angeordnet ist, und daß die Zuführungsleitung (13) mit der Innenkammer (14a) verbunden ist.

6. Vorrichtung nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Drehgeschwindigkeit des Halters (6) durch eine entsprechende Steuerung des Drehantriebs (8; 8a) veränderlich und einstellbar ist.

7. Vorrichtung nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Winkel (w) etwa 45° bis etwa 85° insbesondere etwa 60° beträgt.

8. Vorrichtung nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Halter (6) mehrere Stellplätze (11) für Behälter (9; 9.1, 9.2) aufweist und vorzugsweise Behälter (9; 9.1, 9.2) in dieser Anzahl vorgesehen sind.

9. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Stellplätze (11) auf dem Umfang gleichmäßig verteilt und vorzugsweise auch in einer horizontalen Ebene angeordnet sind.

10. Vorrichtung nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Abführungsleitung (13) mit dem Innengehäuse (14) verbunden ist.

11. Vorrichtung nach einem der vorherigen An-

sprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Halter (6) und das Innengehäuse (14) eine drehbare Einheit bilden.

12. Vorrichtung nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Innengehäuse (14) durch ein topfförmiges Unterteil (15) und einen Deckel (16) gebildet ist. 5

13. Vorrichtung nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Abführungsleitung (13) sich vorzugsweise coaxial durch den Deckel (16) erstreckt. 10

14. Vorrichtung nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß eine Zuführungsleitung (12) vorgesehen ist, die sich von der Umgebung des Gehäuses (2) dieses durchsetzend 15 vorzugsweise durch den Deckel (16) in das Innengehäuse (14) erstreckt.

15. Vorrichtung nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Abführungsleitung (13) und die Zuführungsleitung (12) sich coaxial vorzugsweise durch den Deckel (16) erstrecken. 20

16. Vorrichtung nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß eine Hubeinrichtung (61a) zum Öffnen des Innengehäuses (14) vorgesehen ist. 25

17. Vorrichtung nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Hubeinrichtung (61a) am Gehäuseunterteil (15) angreift.

18. Vorrichtung nach Anspruch 16 oder 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Hubeinrichtung unterhalb 30 oder oberhalb des Gehäuses (2) angeordnet ist und die Bodenwand (2b) oder Deckenwand (2a) des Gehäuses (2) durchsetzt.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

35

40

45

50

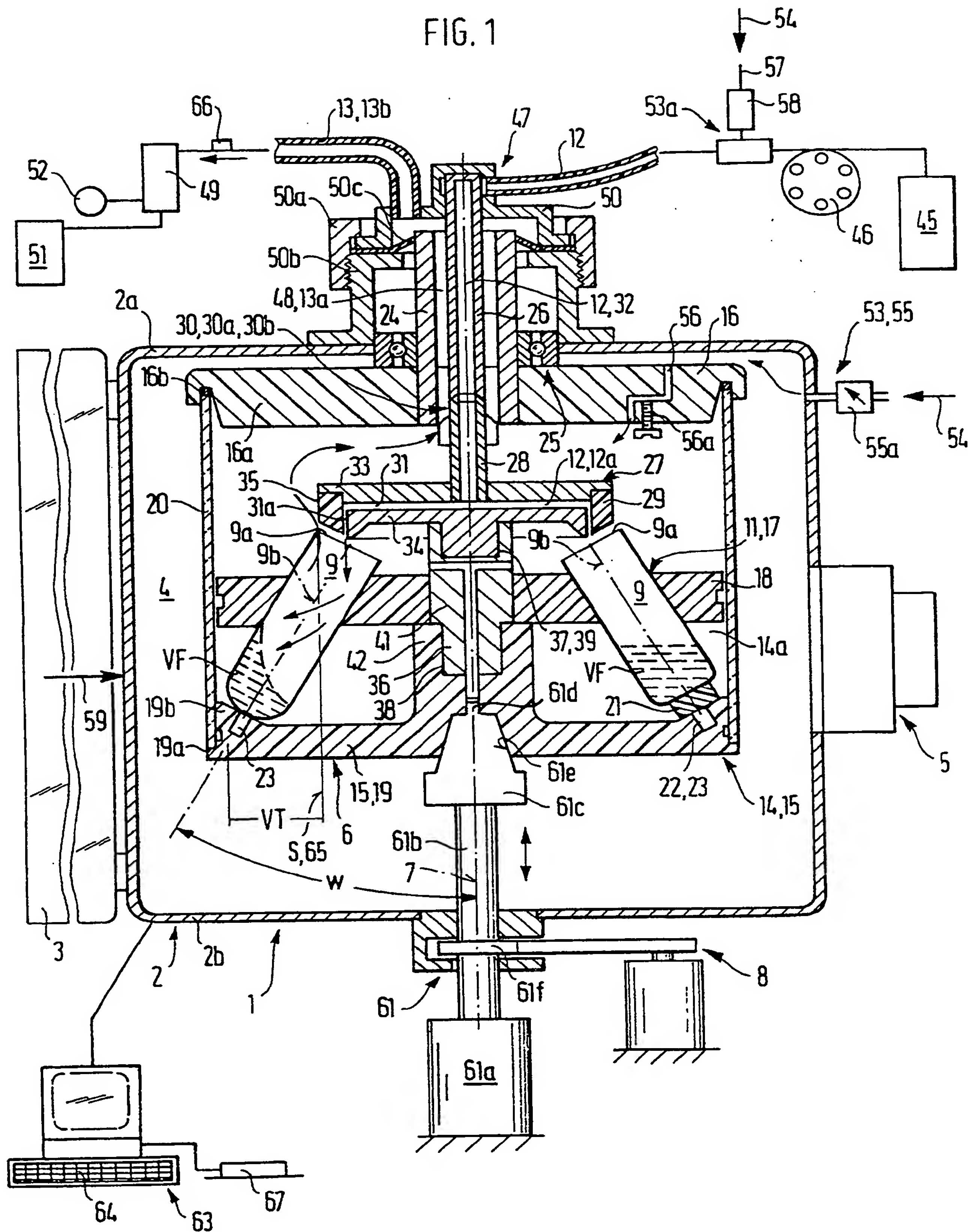
55

60

65

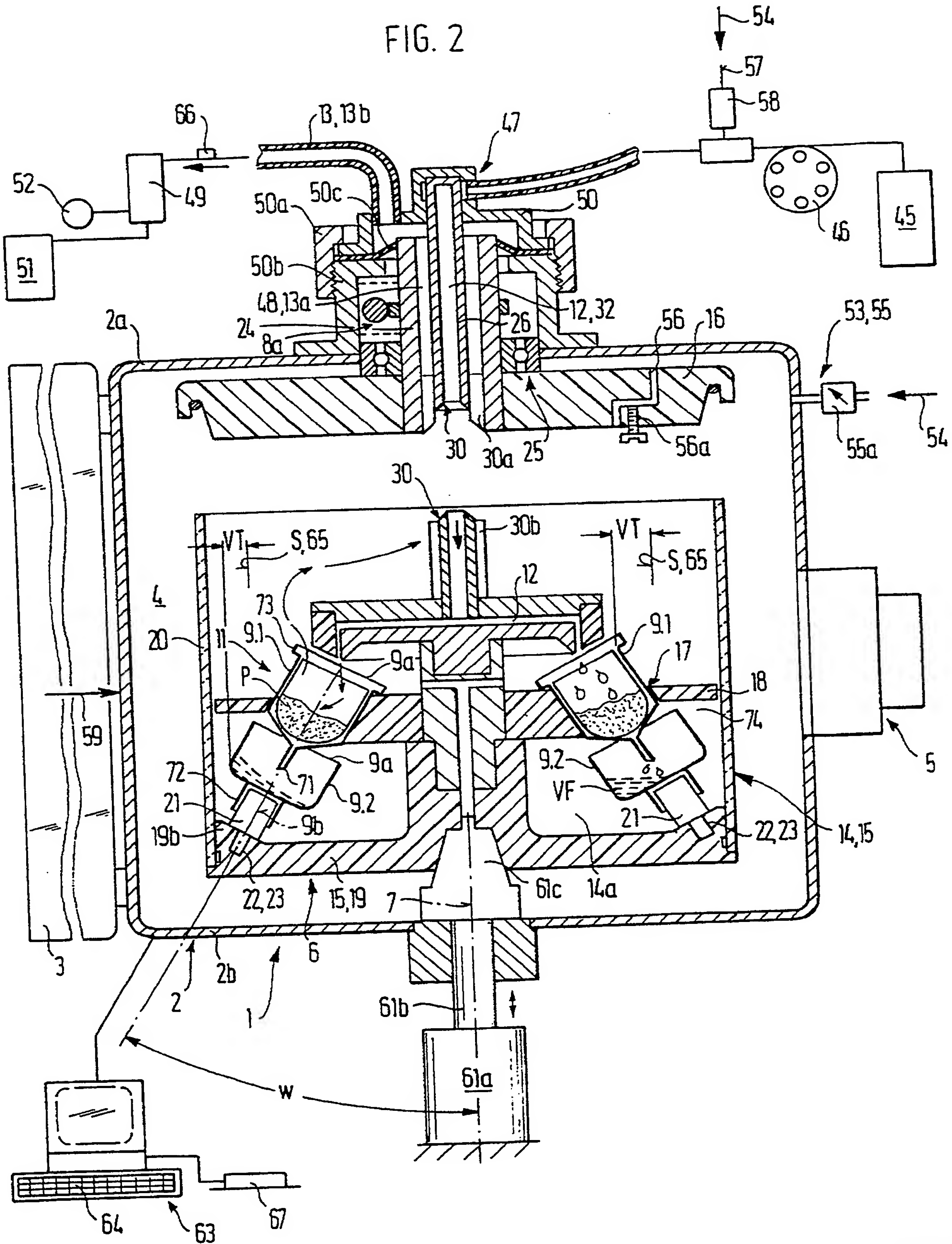
- Leerseite -

FIG. 1



BEST AVAILABLE COPY

FIG. 2



BEST AVAILABLE COPY